

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3508—2013

进出口纺织品中六溴环十二烷的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of hexabromocyclododecane in import and export textiles—
Liquid chromatography tandem mass spectrometry method

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、东华大学。

本标准主要起草人：马强、席广成、丁友超、蔡建和、白桦、王超、王焜、丁岚、赵洁、毛志平。

进出口纺织品中六溴环十二烷的测定

液相色谱-质谱/质谱法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了进出口纺织品中六溴环十二烷(参见附录 A)的液相色谱-质谱/质谱测定方法。本标准适用于进出口纺织品中 α -六溴环十二烷、 β -六溴环十二烷、 γ -六溴环十二烷的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

纺织品样品以正己烷:丙酮=1:1(体积比)混合液为萃取溶剂进行加速溶剂萃取,萃取液经固相萃取柱净化后,用液相色谱-质谱/质谱法进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 二氯甲烷。
- 4.2 正己烷。
- 4.3 丙酮。
- 4.4 甲醇:HPLC 级。
- 4.5 乙腈:HPLC 级。
- 4.6 二氯甲烷-正己烷混合液:量取二氯甲烷 40 mL 和正己烷 60 mL,混匀。
- 4.7 正己烷-丙酮混合液:量取正己烷和丙酮各 50 mL,混匀。
- 4.8 α -六溴环十二烷标准物质:CAS 号 134237-50-6,纯度大于等于 99%。
- 4.9 β -六溴环十二烷标准物质:CAS 号 134237-51-7,纯度大于等于 99%。
- 4.10 γ -六溴环十二烷标准物质:CAS 号 134237-52-8,纯度大于等于 99%。
- 4.11 标准储备液的配制:分别准确量取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 α -六溴环十二烷、 β -六溴环十二烷、 γ -六溴环十二烷标准溶液各 0.5 mL,转移至 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,配制成 α -六溴环十二烷、 β -六溴环十二烷、 γ -六溴环十二烷浓度各为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液,于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存。
- 4.12 固相萃取柱:基质为石墨化碳黑/乙二胺基-N-丙基,500 mg/500 mg,6 mL,或相当者。使用前依次用 10 mL 二氯甲烷-正己烷混合液(4.6)、10 mL 二氯甲烷(4.1)、10 mL 正己烷(4.2)活化。